

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—4403

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>  
B 01 D 13/00

識別記号

庁内整理番号  
H 7305—4D

⑬ 公開 昭和59年(1984)1月11日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑭ 中空糸型濾過素子

倉敷市福田町古新田358

① 特 願 昭57—113088

⑯ 発 明 者 浜本義人

倉敷市昭和2—2—34

② 出 願 昭57(1982)6月28日

⑰ 出 願 人 株式会社クラレ

⑮ 発 明 者 楠戸修

倉敷市酒津1621番地

倉敷市酒津1652

⑱ 代 理 人 弁理士 本多堅

⑯ 発 明 者 古谷野猛

明 細 書

1. 発明の名称

中空糸型濾過素子

2. 特許請求の範囲

一端が閉止し、他端が開口した多数の中空糸を集束して、この開口端部を樹脂で接着固定するとともに、上記樹脂で接着固定された接着端部近傍の各中空糸表面に薄い樹脂層を被覆して各中空糸の接着端部を補強したことを特徴とする中空糸型濾過素子。

3. 発明の詳細な説明

本発明は樹脂との接着端部近傍が補強された中空糸型濾過素子に関するものである。

近年一端を封止し、かつ他端が開口した多数本（通常100本以上）の中空糸を集束して接着固定した中空糸型濾過素子を容器内に収容して、処理液を中空糸の外側を流すことにより各種の液体処理あるいは精液などの有用成分回収のための前処理が行われている、中空糸を上記分野に用いる場合にはこの中空糸は高圧の耐圧性及び耐久性はもちろ

ん、目詰りした膜の性能回復を目的とした洗滌のための耐酸、耐アルカリなどの耐薬品性及び耐熱性が要求される。そのためには中空糸はもちろんのこと、中空糸束を接着固定する樹脂も高圧の耐圧性及び耐久性を有していなければならない、通常比較的硬度が高い樹脂が用いられる。ところが上記樹脂を用いて中空糸束を固定化した場合には接着端部の中空糸束の主として外縁部に近い領域の多くの中空糸が濾過時あるいは気体や液体による逆洗時に中空糸が揺動し、その結果これらの中空糸が曲げモーメントを受けて接着端部が折損する事故が多発した。この中空糸の接着端部での折損を防止するため、本願出願人は中空糸束の接着端部の外縁部に弾性のある可撓性帯を阻害させた中空糸型濾過素子を実開昭55—99073号に提案した。上記中空糸型濾過素子は曲げモーメントによる主として外縁部の中空糸の折損防止には極めて有効であつた。しかしながら上記素子を使用すると中空糸の折損に起因するリークはなくなつたものの依然として使用中に原因不明のリークが発生

することがあつた。この原因不明のリークが発生すると上記<sup>9</sup>過素子を取り替えたり、あるいはリークの発生した中空糸の端部開口を封止して再使用していた。しかしながら88成分の比較的多い液体の場合上記原因不明のリークが多発し実用上極めて問題であつた。

本発明者らは、上記リークは外部的要因によるものと推測して、リークの発生した中空糸を一本一本徹底的に観察した結果、いずれの中空糸も樹脂との接着端部近傍に極めて小さな亀裂が中空糸の円周方向に発生していることをつきとめた。この亀裂は意外にも中空糸型<sup>9</sup>過素子の外周部の中空糸よりもやや内側に入つた部分の中空糸に多く発生していることが判明した。上記亀裂は<sup>9</sup>過時に中空糸表面に蓄積された88成分などが中空糸の接着部へ押し込まれるために発生したものと推定される。

本発明者らは上記亀裂の発生を防止するため、更に鋭意検討した結果本発明に到達したものである。すなわち本発明は一端が閉止し、かつ他端が

開口した多数の中空糸を集束して、この開口端部を樹脂で接着固定するとともに、上記樹脂で接着固定された接着端部近傍の各中空糸表面に薄い樹脂層を被覆して各中空糸の接着端部を補強したことを特徴とする中空糸型<sup>9</sup>過素子である。

次に本発明の中空糸型<sup>9</sup>過素子<sup>10</sup>の一実施例を図面にて説明する。第1図は本発明の中空糸型<sup>9</sup>過素子の断面図であり、この素子は一端が封止され、他端が開口した多数の中空糸<sup>1</sup>と、上記中空糸の開口端部を収束して接着固定した樹脂<sup>2</sup>及び接着端部A近傍の中空糸表面を被覆した樹脂層<sup>3</sup>で構成されている。上記中空糸表面の被覆とは樹脂が中空糸の表面のみに被覆されている場合のみでなく樹脂が中空糸の内壁まで含浸されている場合も包含している。

上記中空糸<sup>1</sup>はその一端がエポキシ樹脂やポリウレタン樹脂などの閉塞体<sup>4</sup>で液密に封止されており、他端は液体の導入または導出のために開口している。この中空糸の素材としては例えばポリビニルアルコール系、ポリアクリルニトリル系、

ポリスルホン系、ポリアミド系、ポリ塩化ビニル系などの合成ポリマーや酢酸セルロース系、セルロース系などの天然あるいは再性ポリマーさらにガラス、セラミックスなどの無機物やカーボンなどが用いられる。中空糸は通常外径50～5000 $\mu$ 、内径20～2000 $\mu$ のものが用いられる。1バンドル当りの中空糸本数は中空糸径により全く異なり、むしろ中空糸束径（中空糸のみをまるい束にした時の束直径）で限定され、通常0.5～20cmとすることが多い。

中空糸を束ねて、その開口端部を接着固定する樹脂<sup>2</sup>は比較的硬度の高い、すなわち常温でのロックウェル硬度（Mスケール）が60以上の接着剤が用いられる。この樹脂は、例えばエポキシ樹脂、不飽和エポキシ樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、フェノール樹脂、尿案樹脂、ポリウレタンなどのプラスチック及びこれらプラスチックにタルク、チタン、シリカなどの無機物を充填剤として添加したものや、ガラスやビニロンなどの繊維を分散させたコンポジットなどである。上記接着剤

としては中空糸とハウジングを一体成形する場合や、中空糸とシース（バンドルをハウジングに締結するためにバンドルに取り付ける治具）を接着剤で充填接着するカートリッジタイプバンドルの場合では、硬化収縮が少ない接着剤が好ましく、例えばエポキシ樹脂やポリウレタン、ビニルエステル樹脂などの単独及び無機充填剤や繊維或いはこれらの併用コンポジットが有用である。

上記中空糸の樹脂<sup>2</sup>との接着端部近傍の表面には中空糸の亀裂を防止するための補強用の樹脂層<sup>3</sup>が被覆されている。この樹脂は中空糸束を接着固定する樹脂と同様に耐熱性、耐薬品性に優れた樹脂、例えばエポキシ樹脂、ポリスルホン樹脂などが用いられる。この樹脂層は中空糸束を接着固定する樹脂と同一の樹脂でも、異なる樹脂でもよい。また樹脂層は中空糸に亀裂が発生する領域、例えば中空糸の接着端部Aから少くとも2 $\times$ 以上の領域を被覆する必要があるが、余り広い領域を被覆すると有効膜面積が減少するため好ましくない。このため通常接着端部Aから1～20cmの範囲

の中空糸表面が被覆されるが、実用上は実開昭55-99073号で提案した中空糸型濾過素子の接着端部近傍を囲繞する可撓性帯(通常2~5cm)よりも広い領域を被覆することが好ましい。上記樹脂層3はその厚みを増せば増す程、かつ中空糸内部の濾過壁まで樹脂が含浸して硬化したものである程中空糸の亀裂防止に効果がある。この樹脂層の厚みは隣接する中空糸同志が接合しない程度の厚みであればよい。中空糸表面への樹脂層の被覆は、中空糸束を接着固定する前に、あらかじめ中空糸の所定の領域に樹脂をそのまま、もしくは溶剤に希釈した後濾布含浸して硬化させるか、あるいは遠心接着機で中空糸束の端部を接着固定するときに、中空糸端部に供給する樹脂を貯蔵した、上記バンドルの接着端部Aと同一円周上に配置された樹脂槽の位置を所定の位置より内側に配置して、あらかじめ中空糸の端部の全表面に薄い樹脂層を形成した後、この槽を接着端部Aと同一円周上に移し変えて中空糸端部を接着固定してもよい。

第2図は上記中空糸型濾過素子10を使用した液

以上のように本考案は中空糸の樹脂との接着端部近傍を薄い樹脂層で被覆することにより濾過あるいは気体もしくは液体による逆流時の中空糸の揺動あるいは振動及び中空糸表面に濃縮された88成分の中空糸接着部への割り込み現象に基づく中空糸の亀裂を完全に防止することができ実用上極めて有用である。

#### 実施例1

特開昭54-117380号の実施例1で製造したPVA中空糸を1mの長さに切断し、この中空糸を3000本束ねた後、中空糸の一端をトリクレン300部、エピクロン850(大日本インキ製)100部、2-エチル、4-メチルイミダゾール5gの組成よりなる混合液中に20分間浸漬し、その後充分な液切りを行つた。次いで隣接する中空糸同志が接着しないように注意して風乾し、その後90℃で3時間加熱処理して中空糸の樹脂含浸及びコー

以下余白

体処理装置の一例であり、上部に気体導入口12、下部に原液導入口13及び濃縮液排出口18を有する円筒容器11内の上端に設けた中空糸束を収容する複数の開口を有する仕切板14に中空糸束10が液密に取着されている。またこの容器11の上部には濾液導出口15を有する蓋体16が取着されている。上記容器に収容された中空糸束10には接着端部近傍の中空糸束の外縁部の中空糸を保護するゴム状あるいは織布などの可撓性帯17が設けられ、かつ接着端部の中空糸表面及び中空糸壁内には樹脂層3が設けられている。

上記装置には濾過工程では原液導入口13より容器内に所定量の原液が加圧導入され中空糸を透過した濾液は蓋体16に設けた濾液導出口15より排出される。濃縮原液は容器下部に設けた排出口18より排出され次工程へ供給される。一方濾過工程が終ると次に薬液を容器内に導入して薬洗が行われる。この薬洗が終つた後上記操作を行う。

以下余白

ティングを行つた。

このようにして補強された中空糸型濾過素子は実開昭55-99073号に示すように可撓性帯で外周部をおおつた後、エポキシ樹脂で接着固定した。この素子の強度を樹脂コーティングを行っていない素子の強度を基準として比較した結果を表-1に示す。

表 - 1

樹脂コーティング量	0	1.0	3.0	5.0(% <sub>PVA</sub> )
引張強さ	1.0	1.2	1.8	2.5
伸 度	1.0	1.0	1.03	1.06
ヤング率	1.0	1.3	2.0	3.0
曲げ強度	1.0	1.3	3.0	5.5

#### 実施例2

第2図に示す液体処理装置に1m長の中空糸を3000本束ねた中空糸型濾過素子を55本装着した。上記装置に装着する素子として実施例1で製造した樹脂コーティングされた素子を30本と樹脂コーティングを施していない素子を25本収容した。こ

表 - 2

	稼働14日	39日	70日	90日
標準中空糸型伊過素子				
リークなし	20	5	0	0
リーク1~5本/中空糸型伊過素子	5	13	10	4
" 5~10 "	0	6	4	7
" 10~20 "	0	1	8	6
修理不能			3	8
本発明の中空糸型伊過素子				
リークなし	29	29	30	30
リーク1~5本/中空糸型伊過素子	1	1	0	0
" 5~10 "	0	0	0	0
" 10~20 "	0	0	0	0

の装置で $B40^{\circ}C$ 、 $60^{\circ}C$ で88成分含有率（原料を加熱して24時間放置後の88沈降物の高さの比）16%のスッモノ糖液（糖成分を結晶化して伊過した母液群）を伊過+薬洗のシーケンスにより90日間連続処理を行って中空糸束の耐久性をテストした。伊過工程〔（糖液伊過90分+濃縮液排出）+（温水洗浄+エア洗排出） $\times 3$ 〕 $\times 3$ 薬洗工程（2%、 $60^{\circ}C$ 苛性ソーダ浸漬90分+冷水洗+0.5%RT塩酸浸漬5分+冷水洗）

（但しエア量は $400\text{Nm}^3/\text{hr. m}$ （膜面積当り）で2分間実施）。表-2に点検開蓋した時の素子のリーク状況を示す。但しリークが発生したものはその時点で修理してリーク0として再スタートさせた。

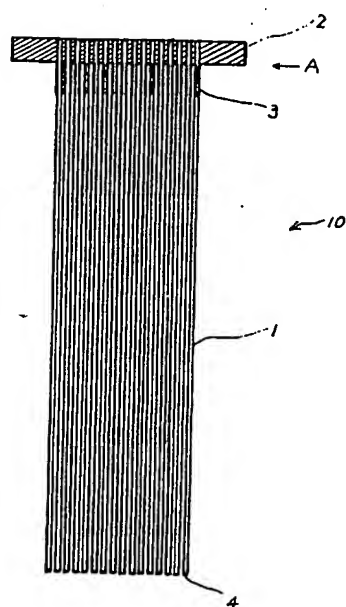
以下余白

#### 4. 図面の簡単な説明

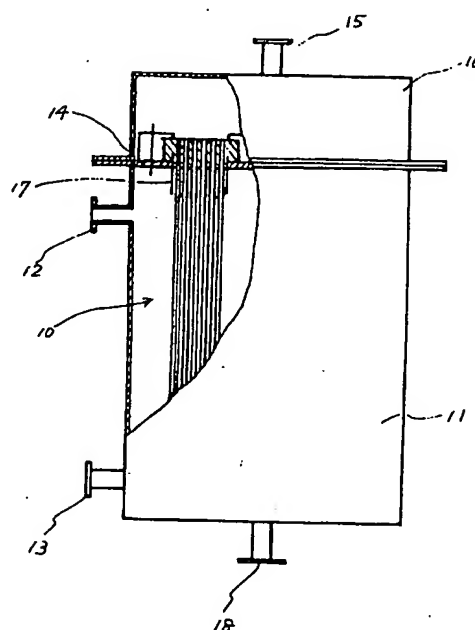
第1図は本発明の中空糸型伊過素子の断面図であり、第2図は上記素子を使用した液体処理装置の断面図である。

- 1 ..... 中空糸                      2 ..... 樹脂  
3 ..... 樹脂層  
A ..... 接着端部

第1図



第2図



手続補正書(方式)

昭和57年10月20日

特許庁長官 若杉和夫 殿



1. 事件の表示

特願第57-113088号

2. 発明の名称

中空糸型河過素子

3. 補正をする者

事件との関係

特許出願人

倉敷市西津 1621番地

(108) 株式会社 クラレ

代表取締役 岡林 次男

4. 代理人

倉敷市西津 青山2045の1

株式会社 クラレ 内

電話 倉敷 0854(23)2271 (代)

(6747) 弁理士 本多 昭

(東京連絡先)

株式会社クラレ特許部

電話 東京 03(277)3182



5. 補正命令の日付

昭和57年9月28日



6. 補正の対象

明細書の発明の名称の欄

7. 補正の内容

明細書第1頁第3行目の発明の名称「中空糸東  
型河過素子」を「中空糸型河過素子」に訂正する。

以上